

热轧 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金退火组织演变及 静态再结晶行为 *

刚建伟

(东北轻合金有限责任公司, 哈尔滨 150060)

施斌卿 陈荣石 柯伟

(中国科学院金属研究所腐蚀与防护国家重点实验室, 沈阳 110016)

摘要 对比研究了高温轧制制备的 Mg-1.02Zn 及 Mg-0.76Y(质量分数, %) 合金在不同温度退火条件下的组织演变及静态再结晶和晶粒长大动力学行为. 结果表明, Mg-1Zn 合金的轧制组织以剪切带和孪晶为主, 在剪切带和孪晶内伴随着动态再结晶; 而 Mg-1Y 合金的轧制组织中只有孪晶, 未观察到剪切带和再结晶发生. 退火过程中, Mg-1Zn 合金静态再结晶过程主要受控于形核过程, 而 Mg-1Y 合金则既受控于形核过程又受控于长大过程. 利用经典的 JMAK 模型和长大模型分别描述了 2 种合金热轧后的静态再结晶和晶粒长大动力学过程, 结果表明, 静态再结晶过程的 Avrami 因子 n 值与理想预测值偏离可能来自于再结晶的不均匀形核. 固溶稀土 Y 原子比 Zn 原子对晶界移动的拖曳作用更强, 导致 Mg-1Y 合金比 Mg-1Zn 合金晶粒长大因子 n' 更高.

关键词 Mg-Zn 合金, Mg-Y 合金, 热轧制, 静态再结晶

中图法分类号 TG146.2

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2012)05-0526-08

MICROSTRUCTURE EVOLUTION AND STATIC RECRYSTALLIZATION BEHAVIOR OF HOT-ROLLED Mg-1Zn AND Mg-1Y ALLOYS DURING ISOTHERMAL ANNEALING

GANG Jianwei

Northeast Light Alloy Limited Liability Company, Harbin 150060

SHI Binqing, CHEN Rongshi, KE Wei

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: SHI Binqing, Tel: (024)23893116, E-mail: bqshi@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51105350 and 50874100)

Manuscript received 2012-02-20, in revised form 2012-04-12

ABSTRACT Wrought Mg alloys alloyed with rare elements (RE) addition were deemed to be one of the most promising Mg alloys in industrial application, due to the formation of weakened texture and refined microstructure. Generally, the wrought Mg alloys with RE addition after normal thermal-mechanical processing possessed incompletely recrystallized microstructure, so it was necessary to research the subsequent annealing treatment for controlling the microstructure. Unfortunately, the corresponding investigations on the mentioned above were still limited. In this study, hot-rolled Mg-1.02Zn and Mg-0.76Y (mass fraction, %) alloys were selected to investigate the microstructure evolution, static recrystallization behavior and grain growth kinetics under different annealing treatments. The microstructure examination showed that hot-rolled Mg-1Zn alloy was composed of shear bands and twins

* 国家自然科学基金项目 51105350 和 50874100 资助

收到初稿日期: 2012-02-20, 收到修改稿日期: 2012-04-12

作者简介: 刚建伟, 男, 1967 年生, 高级工程师

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2012.00079

with the occurrence of dynamic recrystallization; whereas only twins were observed in the hot-rolled Mg-1Y alloy, no shear bands and recrystallization were detected. That should be attributed to the difference in the deformation modes during rolling processing. After isothermal annealing for the two alloys, recrystallization occurred in some remaining twins, whereas no recrystallization took place in others. EBSD analysis revealed that low angle grain boundaries or orientation differences were observed in the remaining twins with recrystallization, suggesting that recrystallization should be associated with the levels of stored deformation energy. The process of static recrystallization and grain growth kinetics were described by the JMAK model and grain growth model, respectively. The process of static recrystallization for the Mg-1Zn alloy was mainly dominated by the process of nucleation; while that for the Mg-1Y alloy was both controlled by the process of nucleation and growth, resulting in finer grain size. Moreover, the results showed that the Avrami exponent of recrystallization $n \approx 1$ deviated from the expected value in theory $n=4$, which could be due to the non-random recrystallization sites in the deformed alloys. Lower value in the grain growth exponent n' was obtained for Mg-1Y alloy than that for Mg-1Zn alloy, which may be ascribed to the stronger dragging effect of the solute Y element on the grain boundaries than that of solute Zn element.

KEY WORDS Mg-Zn alloy, Mg-Y alloy, hot-rolling, static recrystallization

镁合金具有质轻、导热导电性好、阻尼减震、电磁屏蔽等优异特性, 在交通装备、通讯、家用电器和航空航天等领域有广阔的应用前景. 然而, 由于镁合金为 hcp 结构, 在常规热轧或热挤压过程中形成强烈的 (0001) 基面织构, 这种强烈的基面织构造成镁合金变形材的二次成形性能差. 因此, 调控并弱化镁合金的基面织构已成为目前变形镁合金的主要研究内容之一^[1-4].

研究^[5,6]表明, 加入少量稀土元素能够明显弱化镁合金板材的基面织构, 使常规工业轧制技术生产的镁合金板材各向异性减弱, 室温塑性和二次成形性能显著提高. 研究^[3,7,8]认为: 弱化的基面织构能使基面滑移的临界剪切应力减小, 导致基面滑移容易启动; 弱化织构还抑制压缩孪生及后续的二次孪生, 促进拉伸孪生的产生. 普通热加工特别是热轧制备含稀土元素的镁合金通常为不完全再结晶组织, 因此需要后续的退火来调节和控制微观组织. 目前国内外关于含稀土元素的镁合金的研究多集中在动态再结晶及其形成的织构表征方面^[1,9-11], 对热加工后不同退火条件下含稀土镁合金的退火组织演变及静态再结晶动力学鲜有报道. 本文通过对相同轧制工艺条件下制备的 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金 (名义成分, 质量分数, %, 下同) 经不同温度和时间退火后组织的对比研究, 分析讨论其静态再结晶动力学和晶粒长大动力学规律.

1 实验方法

使用工业纯 Mg, Zn(或 Y) 按 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 的比例配置合金; 合金熔化、精炼后浇注到预热的金属型模中. 化学分析得到的铸锭成分 (质量分数, %) 为 Mg-1.02Zn 及 Mg-0.76Y (命名为 Mg-1Zn 和 Mg-1Y).

Mg-1Zn 和 Mg-1Y 铸锭分别经 400 °C, 24 h 和 535 °C, 5 h 均匀化处理后得到了均匀的单相组织, 然后经机械加工成 20 mm 厚的轧制用板坯试样. 轧制时轧辊不经预热, 轧辊直径为 300 mm, 转速约为 100 mm/s. 轧

制前试样在电阻炉中预热至 440 °C, 每道次压下量 10%~30%, 道次间回炉退火 5—10 min, 轧制六道次, 总压下量约为 65%. 本研究对轧制六道次后的 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 板材分别在 200 °C 至 500 °C 之间进行退火处理, 退火后在空气中冷却, 然后取样观察组织. 组织观察前, 试样在 240—5000 号 SiC 砂纸逐级打磨, 最后用 1 μm 的金刚石研磨膏抛光. 经过蚀刻液蚀刻约 30 s 后, 在 Carl Zeiss Axio-Observer 金相显微镜 (OM) 下观察. 用于电子背散射衍射 (EBSD) 观察的试样经过电解抛光后, 使用 XL30 ESEM-FEG/EDAX 场发射环境扫描电镜 (SEM) 和 OIM5.2 软件进行观察和分析.

2 实验结果

2.1 轧制组织

图 1a 和 b 分别是 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金均匀化退火组织, 二者晶粒尺寸均约 200 μm. 图 1c 和 d 为 Mg-1Zn 合金沿轧向 - 法向 (RD-ND) 面低倍和高倍的 OM 照片. 图 1c 中可以观察到与轧向成 30 度左右的平行剪切带, 如箭头所示. 图 1d 是剪切带附近的高倍组织, 可以看到剪切带穿过相邻的晶粒, 并与相互交叉的孪晶相连接. 在孪晶界和变形晶粒晶界处观察到大量细小再结晶晶粒, 并形成了细小再结晶晶粒与粗大的变形晶粒共存的“项链”组织. 此外, 在剪切带中也观察到了大量的再结晶晶粒, 图 1e 和 f 分别是经相同工艺轧制的 Mg-1Y 合金沿 RD-ND 面低倍和高倍的显微组织. 如图 1e 所示, Mg-1Y 合金经轧制后没有剪切带出现. 在高倍下观察 (图 1f), 可以看到在沿轧向拉长变形组织的晶内有大量孪晶出现, 但没有再结晶发生.

图 1 中 2 种合金的变形组织差异说明加入 Zn 和 Y 后, 对镁合金在高温轧制过程中的变形机制产生了影响. Mg-1Y 合金中只有孪晶, 没有出现剪切带, 而 Mg-1Zn 合金中则同时出现孪晶和剪切带. 剪切带的出现与剪切应力集中或局域化有关; 一般在应变量大且滑移和孪生等

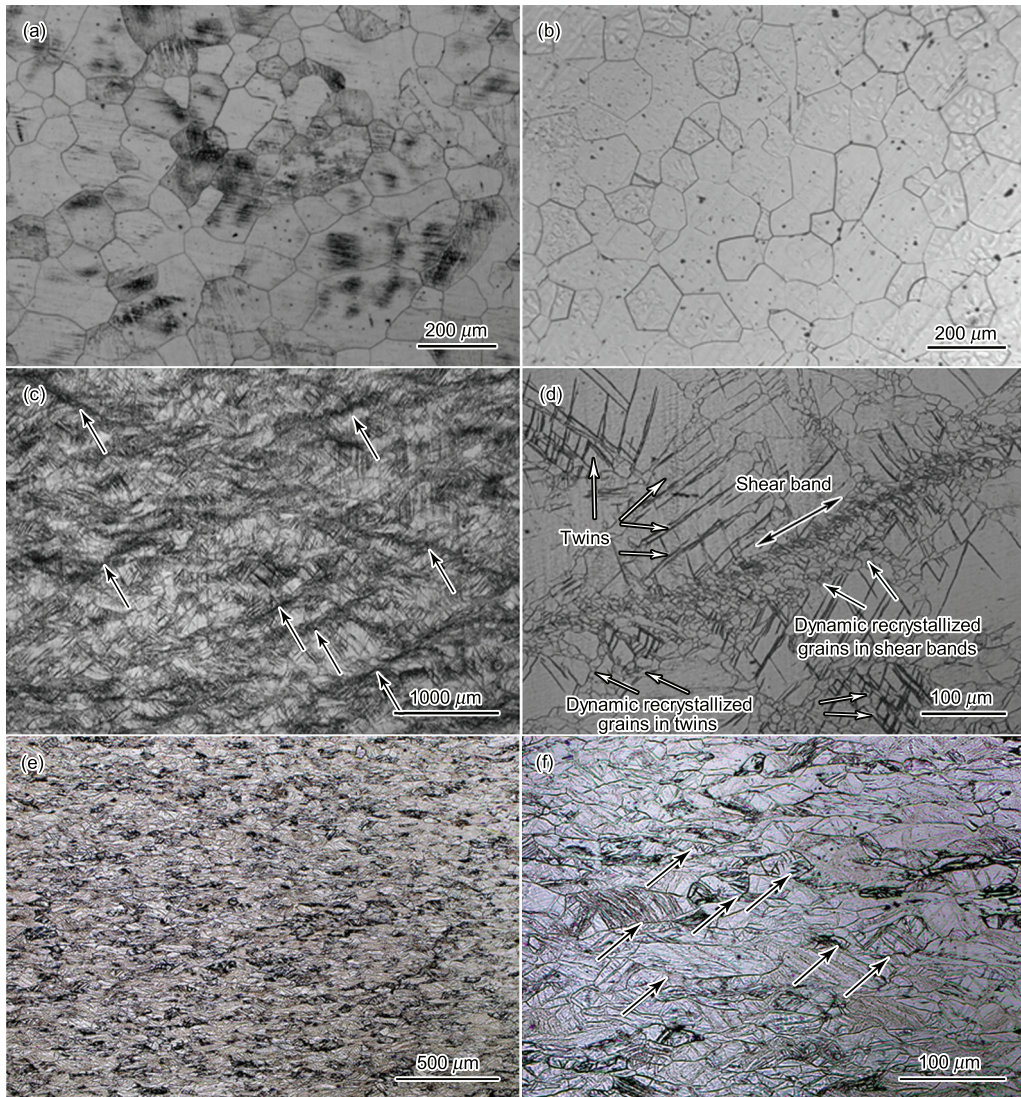


图 1 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金均匀化退火后组织, 轧制 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金沿 RD-ND 面组织
Fig.1 OM images of Mg-1Zn (a) and Mg-1Y (b) alloys after uniform annealing treatment, OM images of as-rolled Mg-1Zn (c, d) and Mg-1Y (e, f) alloys in the section of RD-ND surface (The rolling direction is to the horizontal; the arrows in Fig.1c indicate shear bands; the arrows in Fig.1f indicate twins)

机制不足以提供连续变形时产生^[12]。此外, 剪切带是否出现还与晶粒尺寸、变形温度、固溶原子种类和数量等^[12]有关。在本研究中, 2 种合金的初始晶粒尺寸和合金元素含量相近且轧制条件相同, 因此剪切带出现只与固溶原子的种类有关^[12]。与本文的结果类似, Sandlobes 等^[13]对 Mg-3Y 合金冷轧后发现, 合金变形较均匀且变形主要集中在晶内, 而纯 Mg 在相同变形量冷轧后则产生了明显的剪切带。可能的原因是添加 Y 后改变了纯 Mg 的层错能, 导致 $\langle c+a \rangle$ 位错的活性增加, 晶内滑移系增加。此外, Cottam 等^[14]对 Mg-3Y 合金在 450 °C 热压缩变形后的组织演变研究表明, 在变形过程中可能有 $\langle c+a \rangle$ 位错启动。因此, 本研究中, 由于 Y 的加入, 非基面滑移对轧制变形的贡献增加^[13], 导致轧制过程变形更均匀地发生在晶内, 这可能是轧制 Mg-1Y 合金没有出现剪切带的原因。

同时, 晶内变形均匀增加了晶内发生动态再结晶所需要的宏观临界变形量, 从而推迟了 Mg-1Y 合金的动态再结晶形核。

2.2 退火组织演变

图 2a 是 Mg-1Zn 合金在 200 °C 退火 5 h 后低倍组织, 依然保持轧制组织的不均匀性。图中白色平行虚线所示包围区域对应于轧制组织的剪切带 (即初始晶粒边界), 该区域再结晶体积分数较高且一些再结晶晶粒已明显发生长大, 这主要是由于在轧制过程中这些区域变形集中并存储了大量的变形能, 因此在退火后更容易发生再结晶并持续长大。然而, 在初始晶粒内部再结晶体积分数很低, 晶内存在大量残余孪晶。从图 2b 中的高倍组织可以看出, 这些残余孪晶内有些已经发生了再结晶 (如黑色箭头所示), 有些则没有发生再结晶 (如白色箭头所示)。图 2c 为 Mg-

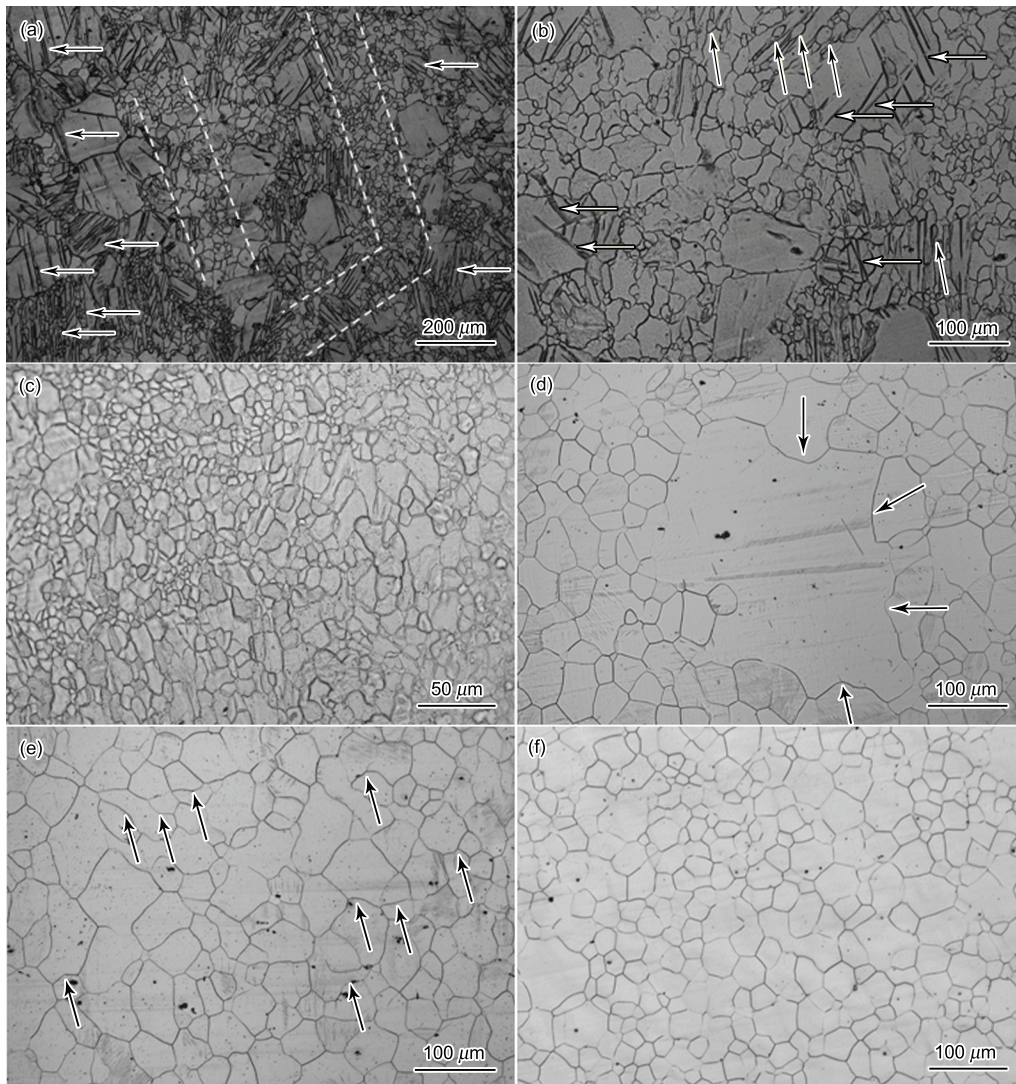


图 2 Mg-1Zn 合金在 200 和 300 °C 退火不同时间后的显微组织

Fig.2 OM images of Mg-1Zn sample after annealing at 200 °C for 5 h (a, b), 200 °C for 24 h (c), 300 °C for 3 min (d), 300 °C for 5 min (e) and 300 °C for 50 min (f) (The parallel and dotted lines in Fig.2a correspond to the region near shear bands; the black and white arrows in Fig.2b indicate the twins with recrystallization and those without recrystallization, respectively; arrows in Figs.2d and e indicate the growth direction of recrystallized grains)

1Zn 合金在 200 °C 退火 24 h 后的组织, 获得了完全再结晶的组织, 且晶粒尺寸约为 20 μm.

当退火温度提高到 300 °C 时, Mg-1Zn 合金退火 3 min 后初始轧制变形组织中的残余孪晶和剪切带已完全消失 (图 2d), 但仍可以观察到有粗大的初始晶粒 (约 200 μm). 类似地, Jager 等^[15] 也曾报道轧制 AZ31 合金中, 300 °C 退火仅需 3 min 大量残余孪晶便完全消失^[15]. 从图 2d 箭头所指位置可以看出典型的再结晶晶界向初始晶粒推进的过程: 弯曲的晶界向原始晶粒内凸起, 在储存的变形能驱动下, 晶界向变形能储存较多的原始晶粒内移动, 逐步完成整个再结晶过程. 而在该温度退火 5 min 后 (图 2e), 得到了几乎完全的再结晶组织. 与 200 °C 退火 24 h 后的组织 (图 2c) 相比, 再结晶晶粒尺寸

明显增大, 约 60 μm. 如图 2f 所示, 随退火时间进一步延长, 在界面能的作用下, 晶界趋于平直化并形成规则的等轴晶粒.

图 3 是 Mg-1Y 合金在 300 和 350 °C 经不同时间退火后的组织. 由于低于 300 °C 退火时, 该合金的再结晶过程极其缓慢, 本文对 Mg-1Y 合金只选择了 300 °C 及以上的退火温度. 图 3a 为该合金在 300 °C 退火 1 h 后的组织, 为变形组织与再结晶组织共存, 这与 Mg-1Zn 合金 200 °C 退火的组织类似. 在初始晶粒晶界或交叉孪晶等处位置可以观察到少量静态再结晶晶粒, 如黑色箭头所示. 此外, 仍有大量的残余孪晶 (如白色箭头所示) 和粗大的未再结晶晶粒. 300 °C 退火 24 h 后 (图 3b), 再结晶已基本完成, 晶粒尺寸约为 20 μm. 当退火温度升高至 350 °C, 与图 3a

相比, 再结晶体积分数有所增大, 但仍为不均匀组织 (图 3c). 350 °C 退火 1 h 后 (图 3d), 除仍存在少量孪晶 (如箭头所示), 得到了几乎完全再结晶的组织, 晶粒尺寸约为 30 μm.

图 4a 和 b-g 分别为 Mg-1Zn 合金 200 °C 退火 5 h 和 Mg-1Y 合金 350 °C 退火 5 min 后的 EBSD 取向成像图, 其中 2°-15° 的小角度晶界和 15°-100° 的大角度晶界分别用白色和黑色实线在图中标出. 如图 4a 所示, 由

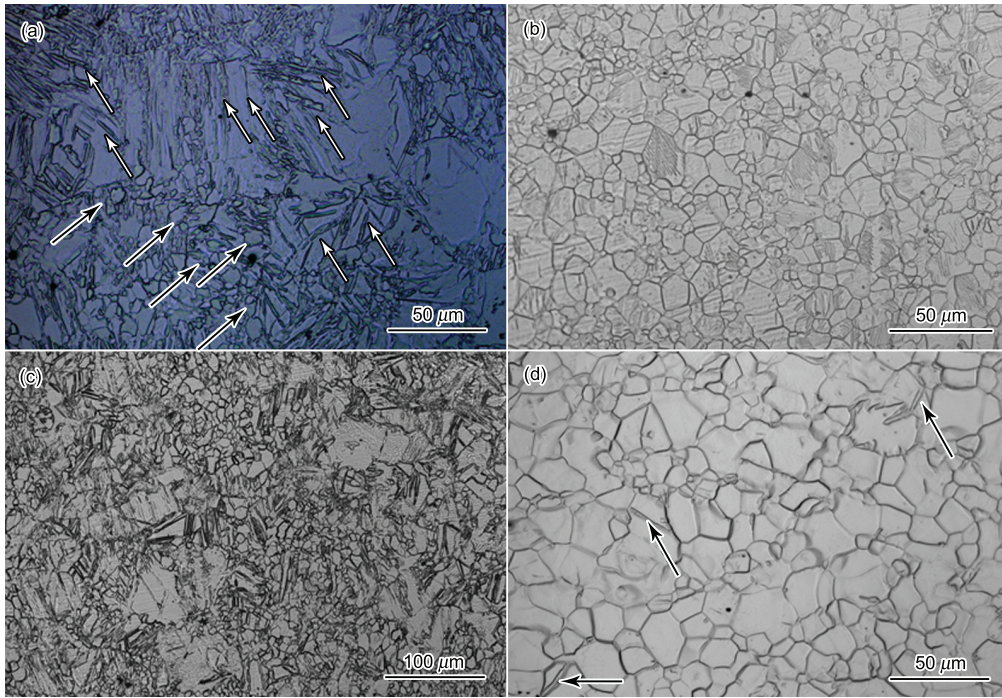


图 3 Mg-1Y 合金在 300 和 350 °C 退火不同时间后的组织

Fig.3 OM images of Mg-1Y sample after annealing at 300 °C for 1 h (a), 300 °C for 24 h (b), 350 °C for 5 min (c) and 350 °C for 1 h (d) (The black and white arrows in Fig.3a denote the recrystallized grains and remaining twins, respectively; arrows in Fig.3d also denote the remaining twins)

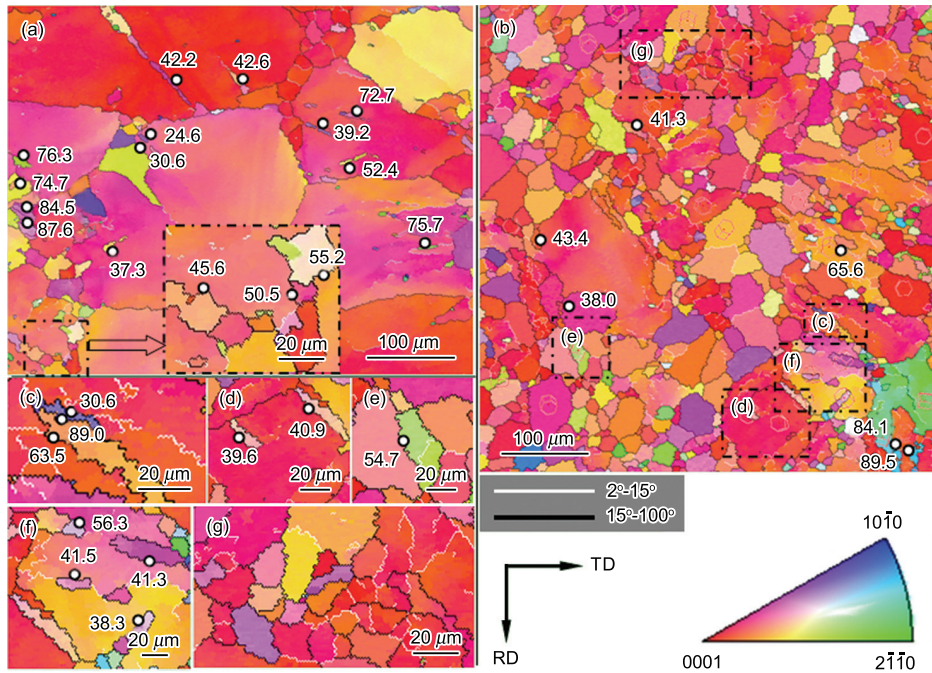


图 4 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金退火后 EBSD 取向成像图

Fig.4 EBSD orientation maps of Mg-1Zn and Mg-1Y alloys after annealing (a) Mg-1Zn, 200 °C for 5 h (b) Mg-1Y, 350 °C for 5 min (c-g) high magnification of the area squared by the dashed line in Fig.1b

于 Mg-1Zn 合金在轧制过程中初始晶粒内变形较少, 因此晶内小角度晶界较少; 而在变形较集中的初始晶粒晶界处则可以发现较多小角度晶界. 此外, 晶内残余孪晶的类型可以通过孪晶和基体之间取向差来推断^[10,16,17]: 56° 和 64° 左右分别对应 $\{10\bar{1}1\}$ 和 $\{10\bar{1}3\}$ 压缩孪晶; 86° 左右对应于 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶; 38° 左右和 22° 左右则对应于 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 和 $\{10\bar{1}3\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 二次孪生. 从图 4a 中标记的孪晶类型可以看出, 晶内残余孪晶大部分对应于压缩孪晶或二次孪晶, 少量对应于拉伸孪晶, 且这些孪晶内未观察到小角度晶界或取向差异. 由虚线包围区域为已发生再结晶的孪晶, 在孪晶内部可以明显看到由残余位错和亚晶引起的取向差异和小角度晶界. 图 4b-g 为 Mg-1Y 合金 350°C 退火 5 min 后的 EBSD 图. 与图 4a 不同, Mg-1Y 合金中小角度晶界较均匀地分布在变形组织中, 这也证明了 Mg-1Y 合金在轧制过程中变形的均匀性. 与图 4a 类似, 大部分的残余孪晶对应于压缩孪晶和二次孪生, 也有少量 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶 (约 86°). 图 4c-g 分别为图 4b 中被矩形包围区域的高倍像. 图 4c 为典型的 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 二次孪晶形貌, 即在 $\{10\bar{1}1\}$ 初生压缩孪晶 (约 56°) 内发生 $\{10\bar{1}2\}$ 二次孪生 (约 86°), 从而形成与基体约 38° 的偏转. 此外, 在图 4c 中的孪晶内没有发现小角度晶界或取向差异, 这正是该孪晶中没有发生再结晶的原因. 类似地, 图 4d 的孪晶中也未发现小角度晶界且也没有再结晶发生. 而在图 4e 和 f 中的孪晶内部, 可以明显观察到小角度晶界或取向差异, 其中在图 4f 的有些孪晶处已经发生再结晶. 如图 4g 所示, 可以观察到大量由小角度晶界所包围、且尺寸接近于再结晶晶粒的亚晶, 这也意味着该合金的静态再结晶晶粒是在退火过程中通过由小角度晶界向大角度晶界持续转变形成的. 综上 EBSD 结果表明, 在退火过程中残余孪晶处难以发生再结晶与其内部储存变形能较少有关. 这可能与轧制过程中孪生发生的先后顺序有关: 轧制初期形成的孪晶在后续变形过程中, 如果在这些孪晶内有些可以持续发生滑移, 则容易储存变形能进而发生再结晶; 但是在轧制后期形成的孪晶, 由于后续变形量小, 难以储存足够的变形能, 导致这些孪晶处难以发生再结晶.

2.3 静态再结晶及晶粒长大动力学

2.3.1 静态再结晶动力学 如图 5a 所示, 2 种合金在不同温度退火后的再结晶体积分数 X_v 和 $\ln t$ (t 为退火时间) 呈现典型的“S 型”曲线, 这与立方结构金属中演变规律类似^[12,18,19]. 以 Mg-1Zn 合金为例, 在 200°C 退火时, 横坐标 $\ln t$ 从 0 到约 8 的阶段对应于再结晶的形核过程^[12], 约占整个再结晶过程的 2/3; 当退火温度升高至 300°C 时, 虽然再结晶的形核过程明显缩短 (从 0 到约 4 的阶段), 仍约占整个再结晶过程的 2/3. Mg-1Y 合金在 300°C 退火与 Mg-1Zn 合金在 200°C 退火的曲线演变类

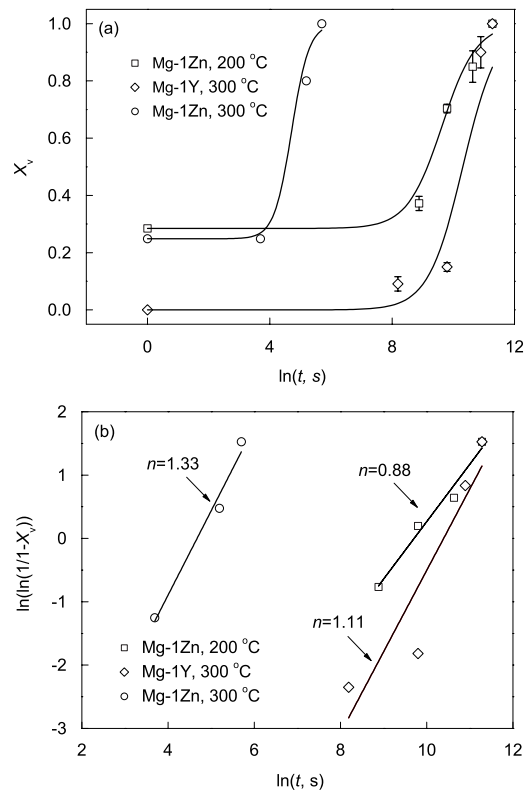


图 5 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金在不同退火条件下再结晶体积分数和退火时间的关系

Fig.5 Volume fraction of recrystallization X_v vs $\ln t$ for Mg-1Zn and Mg-1Y alloys under different annealing conditions (t denotes the holding time, n denotes the Avrami exponent)

(a) X_v as a function of $\ln t$

(b) $\ln(\ln(1/(1-X_v)))$ as a function of $\ln t$

似. 这说明 2 种合金在低温退火的静态再结晶均受控于形核过程, 这是由于变形组织中残余孪晶内形核困难所致.

在立方结构金属中, 可以通过经典的 JMAK 模型来描述静态再结晶的动力学过程^[12], 该模型在冷加工后 AZ31 镁合金^[20,21] 的退火过程中也有报道:

$$X_v = 1 - \exp(-Bnt^n) \quad (1)$$

其中, B 为与晶粒形状相关的影响因子, n 为 Avrami 因子. n 可以通过式 (1) 演变成 $\ln(\ln(1/(1-X_v)))$ 与 $\ln t$ 的线性关系后得到

$$\ln(\ln(1/(1-X_v))) = \ln B + n \ln t \quad (2)$$

图 5b 为 Mg-1Zn 合金在 200 和 300°C 退火, Mg-1Y 合金在 300°C 退火时 $\ln(\ln(1/(1-X_v)))$ 与 $\ln t$ 的关系, 其中对应于 Mg-1Zn 在 200 和 300°C , Mg-1Y 在 300°C 的 n 值分别为 0.88, 1.33 和 1.11. Su 等^[18] 对不同应变量 (0.1—0.5) 室温压缩的 AZ31 合金在不同退火温度 ($200, 400^\circ\text{C}$) 下的研究表明, n 随变形量的增加而

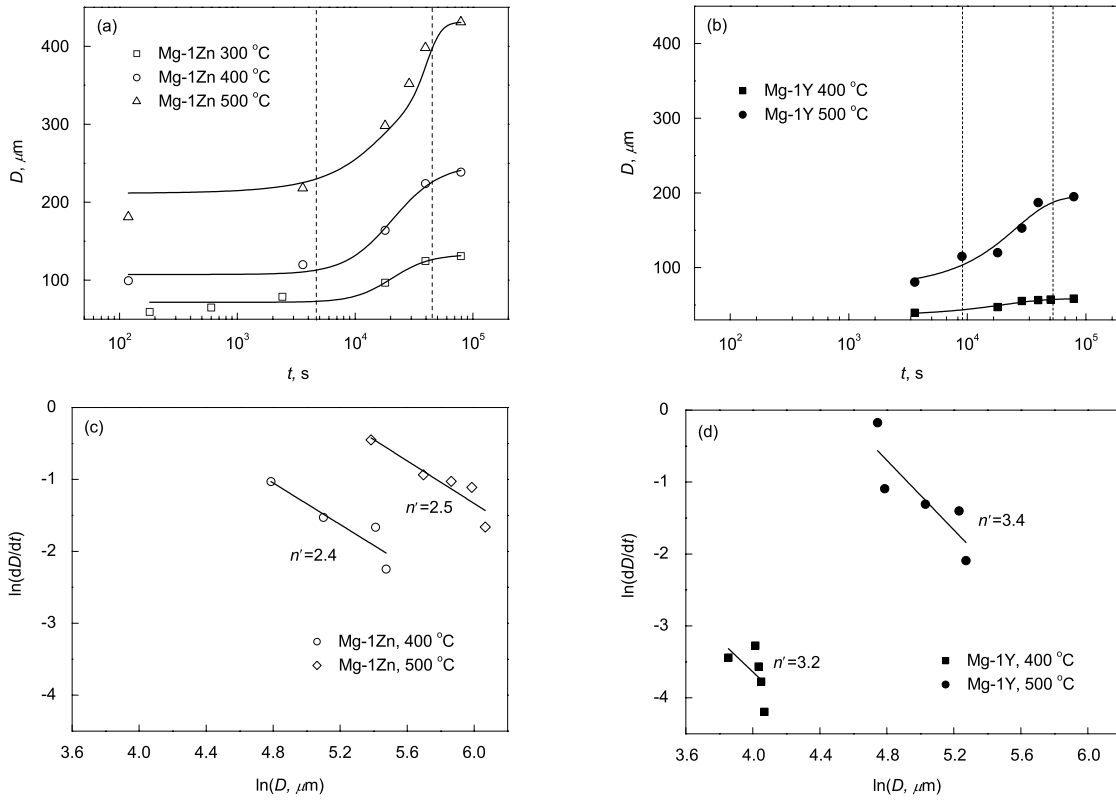


图 6 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金在不同退火条件下晶粒尺寸与退火时间的关系

Fig.6 Relationships between grain size D (a, b) and holding time t (c, d) for (a) Mg-1Zn and (b) Mg-1Y alloys, $\ln(dD/dt)$ vs $\ln D$ for (c) Mg-1Zn and (d) Mg-1Y alloys

增加, 随退火温度的升高而增加, 并在 1.5—3.4 之间变化^[18]; 这与本研究中 Mg-1Zn 合金的 n 随退火温度升高而增加的趋势一致. 另一方面, Su 等^[18] 的研究也说明由于不同研究中变形量、退火等实验条件不完全相同, 实验测得的 n 更适合在同一研究中比较. 本研究中, Mg-1Zn 合金轧制过程中变形更不均匀且在晶界、剪切带等处储存变形量更大, 因此在 300 °C 退火时其 n 值比 Mg-1Y 更高. 此外, 2 种合金测得的 n 均接近于 1, 偏离了理论预测值 $n=4$ ^[12,18,19], 这与再结晶形核位置不均匀有关^[12].

再结晶是一个由形核速率和长大速率控制的过程, 2 种合金的静态再结晶都主要受控于变形组织中残余孪晶处的形核过程. Mg-1Zn 合金在 300 °C 退火过程中, 仅需 5 min 退火便迅速长大并粗化至约 60 μm , 因此在该温度下 Mg-1Zn 合金的静态再结晶过程只受控于形核过程, 一旦形核, 晶粒的长大十分迅速. 在含稀土的 Mg-1Y 合金中, 在晶界处偏聚^[20] 或固溶^[2] 的稀土元素扩散速率很低, 会通过拖曳晶界移动来阻碍再结晶晶粒的长大, 300 °C 退火 24 h 后, 得到了晶粒尺寸约 20 μm 的细小的完全再结晶组织. 因此, Mg-1Y 合金在该温度的再结晶过程是一个既受控于形核的过程, 又受控于长大的过程.

2.3.2 晶粒长大动力学模型 图 6a 和 b 分别为

Mg-1Y 和 Mg-1Zn 合金在不同退火温度下再结晶晶粒尺寸 D 随退火时间的变化过程. 如图中虚线所示, 2 种合金的晶粒长大过程也可以分为三个阶段: 第一阶段对应退火时间为 0— 1×10^4 s, 此阶段晶粒缓慢长大; 第二阶段对应退火时间从 1×10^4 — 5×10^4 s, 此阶段晶粒快速长大; 第三阶段对应退火时间 5×10^4 s 以上, 此阶段晶粒缓慢长大. 从图 6a 中可以看出, 当退火时间约为 100 s 时, 退火温度在 300, 400 和 500 °C 的 Mg-1Zn 合金晶粒尺寸分别为 59, 99 和 181 μm . 即退火温度每升高 100 °C, 晶粒尺寸约增大 1 倍. 此外, 随着退火温度升高, 第二阶段的斜率也明显升高, 即长大速率显著提高. 图 6b 中, 随退火温度升高 Mg-1Y 的晶粒尺寸也有类似的演变规律, 其原因是晶粒长大速率即晶界迁移速率与温度密切相关^[12]. 在相同退火温度, 特别是 400 °C 退火时, 从 2 种合金的晶粒尺寸演变规律可以看出, 经历相同退火时间后, 由于加入 Y 抑制了晶界迁移即再结晶晶粒长大过程, 使 Mg-1Y 合金退火后的晶粒尺寸明显小于 Mg-1Zn 合金.

Burke 和 Turnbull^[21] 认为晶界迁移速度与晶界处的驱动压力有关, 并推导出晶粒长大的动力学模型

$$D^{n'} - D_0^{n'} = c_1 t \quad (3)$$

式中, D_0 为初始晶粒尺寸, n' 为晶粒长大因子 (grain growth exponent), c_1 是和温度相关的常数.

通过对式 (3) 中的 t 求导并取对数, 得到

$$\ln\left(\frac{dD}{dt}\right) = \ln\left(\frac{c_1}{n'}\right) - (n' - 1)\ln D \quad (4)$$

其中, (dD/dt) 和 $\ln D$ 可以从图 6a 和 b 的曲线中得到, 并分别拟合得到如图 5c 和 d 的线性关系, 其中直线的斜率即为 $(n'-1)$.

为了便于比较, 分别从图 6c 和 d 中拟合的直线斜率得到了 2 种合金在 400 和 500 °C 退火时的晶粒长大因子 n' . Mg-1Zn 合金在 400 和 500 °C 的 n' 分别为 2.4 和 2.5; 而 Mg-1Y 合金在 400 和 500 °C 的 n' 分别为 3.2 和 3.4. 值得注意的是, Burke 和 Turnbull^[21] 根据理论模型推导得出的 n' 等于 2; 而实验测得的 n' 随材料和退火温度不同, 在 2 到 5 之间变化, n' 偏离理论预测值可归结为固溶原子对晶界移动拖曳的作用^[18]. 因此, 在相同温度 (400 和 500 °C) 下, Mg-1Y 比 Mg-1Zn 合金的 n' 更高的原因可能来自于固溶稀土元素 Y 比 Zn 对晶界迁移具有更强的拖曳作用.

3 结论

(1) 轧制 Mg-1Zn 合金的变形组织既有剪切带也有孪晶, 并在其中伴随着动态再结晶发生; 而轧制 Mg-1Y 合金的变形组织主要为孪晶, 没有观察到剪切带和动态再结晶发生.

(2) 退火过程中, Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金中未发生再结晶的残余孪晶内没有发现小角度晶界或取向差异, 可能原因是这些孪晶在轧制过程后期发生, 导致存储的变形能较少.

(3) 退火过程中, Mg-1Zn 合金静态再结晶过程主要受控于形核过程, 而 Mg-1Y 合金静态再结晶过程既受控于形核过程又受控于长大过程, 结果导致完全静态再结晶后 Mg-1Y 合金晶粒尺寸比 Mg-1Zn 合金更细小.

(4) 由于 Mg-1Zn 和 Mg-1Y 合金的轧制组织中静态再结晶形核不均匀, 导致 JMAK 模型描述它们在 200 °C 和 300 °C 静态退火的再结晶动力学的 Avrami 因

子 $n \approx 1$, 偏离理论预测值 $n=4$.

(5) Mg-1Y 和 Mg-1Zn 合金在 300—500 °C 之间的晶粒长大动力学过程可以描述为 $D^{n'} - D_0^{n'} = c_1 t$. 由于固溶稀土元素 Y 比 Zn 元素对晶界移动具有更强的拖曳作用, Mg-1Y 合金在 400—500 °C 范围内退火的晶粒长大因子 n' 值更高.

参考文献

- [1] Yan H, Xu S W, Chen R S, Kamado S, Honma T, Han E H. *Scr Mater*, 2011; 64: 141
- [2] Stanford N. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 2669
- [3] Stanford N, Barnett M R. *Scr Mater*, 2008; 58: 179
- [4] Stanford N, Barnett M R. *Mater Sci Eng*, 2008; A496: 399
- [5] Chino Y, Kado M, Mabuchi M. *Mater Sci Eng*, 2008; A494: 343
- [6] Chino Y, Sassa K, Mabuchi M. *Mater Sci Eng*, 2009; A513-514: 394
- [7] Barnett M R. *Mater Sci Eng*, 2007; A464: 1
- [8] Barnett M R. *Mater Sci Eng*, 2007; A464: 8
- [9] Chino Y, Kado M, Mabuchi M. *Acta Mater*, 2008; 56: 387
- [10] Hantzsche K, Bohlen J, Wendt J, Kainer K U, Yi S B, Letzig D. *Scr Mater*, 2010; 63: 725
- [11] Mackenzie L W F, Pegguleryuz M O. *Scr Mater*, 2008; 59: 665
- [12] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Oxford: Pergamon; 1995
- [13] Sandlobes S, Zaeferrer S, Schestakow I, Yi S. *Acta Mater*, 2011; 59: 429
- [14] Cottam R, Robson J, Lorimer G, Davis B. *Mater Sci Eng*, 2008; A485: 375
- [15] Jager A, Lukac P, Gartnerova V, Haloda J, Dopita M. *Mater Sci Eng*, 2006; A432: 20
- [16] Xu S W, Matsumoto N, Kamado S, Honma T, Kojima Y. *Scr Mater*, 2009; 61: 249
- [17] Xu S W, Kamado S, Matsumoto N, Honma T, Kojima Y. *Mater Sci Eng*, 2009; A527: 52
- [18] Su C W, Lu L, Lai M O. *Philos Mag*, 2009; 88: 181
- [19] Chao H Y, Sun H F, Chen W Z, Wang E D. *Mater Character*, 2011; 62: 312
- [20] Stanford N, Atwell D, Barnett M R. *Acta Mater*, 2010; 58: 6773
- [21] Burke J E, Turnbull D. *Progress in Metal Physics*. London: Pergamon, 1952; 3: 220

(责任编辑: 李海兰)